

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55-15099

⑬ Int. Cl.³
G 01 N 33/48識別記号
厅内整理番号
6656-2G

⑭ 公開 昭和55年(1980)2月1日

発明の数 2
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑮ ケラチン繊維、特に人間の毛髪の酸化状態の検定法

⑯ 特 願 昭54-88652

⑰ 出 願 昭54(1979)7月12日

優先権主張 ⑯ 1978年7月12日 ⑯ フランス
(F R) ⑯ 7820847⑯ 発明者 ピエール・ポール
フランス国モンフェルメイル93
370アヴニユー・ダニエル・ペ

ルドリゲ197番

⑯ 発明者 アルノー・ド・ラベイ
フランス国オールネ・スー・ボ
ワ93600リュー・シャルル・ド
ルダン9番⑯ 出願人 ロレアル
フランス国パリ75008リュー・
ロアイヤル14番

⑯ 代理人 弁理士 中島宣彦

明細書

1. 発明の名称 ケラチン繊維、特に人間の毛髪の酸化状態の検定法

2. 特許請求の範囲

(1) 酸化指示薬であらかじめ含浸してある多孔性支持体例えば紙小片を濡らした被検繊維に適用し、支持体の初めの色彩の変化を調べることから成り、酸化指示薬として、緩衝化酸性媒質中の可溶化でんぶん約20～約200g/lを含有する約0.2～約10Nのヨウ化物イオン溶液から調製したものを使い、そして濡らした繊維中の臭素酸塩の存在を検定するためには発色剤として使う強酸溶液を前記繊維に接触した多孔性支持体に作用させることを特徴とする。ケラチン繊維の表面の酸化状態、特に人間の毛髪における酸化剤例えば過酸化水素、他の過酸化物または過酸塩の存在を検定する方法。

(2) 多孔性支持体の含浸に使用する指示薬として、

ヨウ化物イオン濃度が2～6Nであり、可溶化でんぶんの濃度が50～150g/lである溶液を使うことを特徴とする前項(1)に記載の方法。

(3) 発色剤として使用する強酸溶液として1N塩酸溶液を使う前項(1)または(2)に記載の方法。

(4) 酸化指示薬で含浸した多孔性支持体を繊維に接触させるにあたり、約1～約20秒間接触させる前項(1)～(3)のいずれかに記載の方法。

(5) 発色剤を濡らした毛髪に接触させた多孔性支持体に作用させるにあたり、その約1～2滴を作成させる前項(1)～(4)のいずれかに記載の方法。

(6) 緩衝化酸性媒質中の可溶化でんぶん約20～200g/lを含有するヨウ化物イオンの約0.2～約10Nの溶液から成り、後に乾燥される多孔性支持体例えば紙の小片の含浸に使用する、前項(1)～(5)のいずれかに記載の方法に使用する酸化指示薬。

(7) ヨウ化カリウムを含みその濃度が約20～1250g/lである前項(6)に記載の指示薬。

(8) 酢酸と酢酸ナトリウムとの混合物から形成された緩衝媒質を使用した、pHが約4.7である前項

(6) または(7)に記載の指示薬。

(9) 亜硫酸水素ナトリウムを含有しその濃度が約0.25～約1.0/lである前項(6)～(8)のいずれかに記載の指示薬。

3. 発明の詳細な説明

美容処理例えはパーマネントウェーブ処理、脱水処理または染髪処理中にその適用およびすすぎが思いどおりに行われているかどうかを毛髪のある特性を評価することによって検査できるのが専門家にとつて望ましいということは知られている。多数の毛髪処理製品は酸化剤例えは過酸化水素、他の過酸化物または過酸塩の適用を同時または後に必要とするのでいくつかの特性の中でも特に毛髪の酸化状態が挙げられる。酸化処理の後に毛髪から酸化剤の影響を除くことがどんなに困難であるかということは発明者による数多くの実験により示される。毛髪の初めの酸化状態にしばしばその後の処理の結果が依存する。酸性媒質中のヨウ化物/ヨウ素-還元/酸化系が酸化剤と接すると

褐色の彩色を生することは知られている。この系を使用する市販の紙は毛髪の酸化状態の検定には適さない。実際に、これはしばしば選択的であるという欠点を示す、つまりある酸化剤に対しては敏感であるが他の酸化剤に対しては敏感さが不充分である。この型の市販の指示紙は過酸化水素に対しては良好に敏感であり数 ppm の少量の量でも検出できるが他方、臭素酸塩に対しては敏感さが不充分である。今やこれらは酸化剤として化粧品中によく使われる。ある過酸化物の酵素の分解に基づいた他の系も知られているが、このような系もまた依然として選択的であつて充分に普遍的ではなく、化粧品中に使用されるすべての酸化剤に応用できるものではない。

そこで本発明の目的は化粧品中に使用される凡ての酸化剤に対して高感度を持つ簡単で速かな試験を示すことである。このような試験により美容師が客の毛髪の酸化状態を評価することができ、特にすすぎが充分に行われたかもつと続けるべきかを検査することができる。本発明によればこの

ような試験は、濡らした毛髪に必要ならば毛髪上の色々な場所に緩衝酸性媒質中の可溶化でんぶんとヨウ化物イオンとを高濃度に含む酸化指示薬に含浸した紙の小片をはる。接触時間は極短かく、約10秒のオーダーである。必要ならば発色剤として強酸を1滴その小片上におとす。もし白色から濃褐色に変わればまだ毛髪上に酸化剤が残っているのですすぎを続けるのがよいと考えられる。逆に、変色がなければすすぎは充分にその目的を達成し酸化剤は適切に除かれたことを示す。発明者はこの試薬が数 ppm ほど少量の酸化剤でも検出が可能であることを見出した。

それで本発明はケラチン繊維の表面の酸化状態の検定法および特に酸化剤例えは過酸化水素、他の過酸または過酸塩の人毛中の存在の検定法に關係し、この方法は酸化指示薬で前もつて含浸しておいた多孔性の支持体例えは紙の小片を試験しようとする濡らした繊維に適用し、支持体の初めの色彩に変化があるかどうかを検査することから成り、緩衝酸性媒質中の可溶化でんぶんを約20～

約200 g/l含むヨウ化物イオンの約0.2～約10Nの規定度の溶液から調製した酸化指示薬を使用し、濡らした繊維中の臭素酸塩の存在を検定するためには発色剤として使われる強酸溶液を、前記繊維と接触するように置かれた多孔性支持体に作用させる。

多孔性支持体の含浸に使われる指示薬溶液中のヨウ化物イオンの濃度は好ましくは2～6Nであり、前記溶液中の可溶化でんぶんの濃度は好ましくは50～150 g/lである。

好ましい方法では、含浸した多孔性支持体を毛髪に1～20秒間接触させ、発色剤としての強酸溶液は1N塩酸溶液であり、濡らした毛髪に接触させた多孔性支持体に発色剤約1～2滴で作用する。

本発明はまた前記の方法で使用する紙の小片のような多孔性支持体に含浸され後に乾燥して使うための酸化指示薬にも關係し、これは約0.2～約10Nのヨウ化物イオン溶液とこれに含まれる緩衝酸性媒質中の可溶化でんぶん約20～約200 g/lとから成ることを特徴としている。

好ましい方法においては多孔性支持体の含浸に使う酸化指示薬はヨウ化カリウムを含有し、そのpHは約4.7であり、緩衝媒質は酢酸と酢酸ナトリウムとの混合物から成り、そしてこの指示薬溶液に含まれるヨウ化カリウムの濃度は約20～1250g/lである。

酸化指示薬に含浸した小片の乾燥中にヨウ化物が酸化するのを防ぐために亜硫酸水素ナトリウムを含浸溶液中に加えその濃度を0.25～約1g/lにする。

本発明の主旨をさらに理解するために発明的具体例を全く説明的方法で制限のない例で次に示す。

ヨウ化カリウム15gと可溶化でんぶん2.5gと亜硫酸水素ナトリウム30gとを酢酸と酢酸ナトリウムとの混合物から成る緩衝媒質25cm³中に溶解しこれに水20cm³を加える。pHは約4.7である。

表面積0.25cm²の紙の小片をヨウ化カリウム3.3gと可溶化でんぶん1.1gと亜硫酸水素ナトリウム0.006gとに、すなわち前記調製の酸化指示薬に含浸し、次にこの紙小片を乾燥する。試験

を行うためにこの紙小片を濡らした毛髪に約10秒間適用する。

発色剤として使う1N塩酸を濡らした毛髪に接触させた前記紙小片に滴びんを使って1滴おとす。白色から濃褐色への変化があるかどうかで検定する。現われた褐色の彩色が強いほど酸化剤の割合が多い。

前記試験によつて髪の酸化状態の検定を説明するためにはその2例を挙げる。これらの例は、過酸水素と過硫酸塩との混合物によつて脱色した毛髪と臭素酸塩溶液によつてパーマネントウェーブの中和を行つたパーマネントウェーブをかけた髪とに関係する。

例 1

強脱色反応を達成するためには、天然毛髪の1g束を過酸化水素10容量濃度と20%過硫酸ナトリウムとの混合物で脱色する。

脱色後この束を流水で30秒間すすぐ。すすぎの回数の作用として次の結果がこの試験から得られた。

すすぎオ1回	酸化剤の量>100ppm
すすぎオ2回	" 50ppm
すすぎオ3回	" 30ppm
すすぎオ4回	" 10ppm

例 2

チオグリコール酸アンモニウムを9%含む市販のパーマネントウェーブ液を使って天然毛髪の1g束にパーマネントウェーブをかける。還元工程の後18%臭素酸ナトリウム溶液でその束を中和する。この束を流水で5～30秒間すすぐ。適用および1N塩酸による発色の後、前記試験は次の結果を示した。

すすぎオ1回	臭素酸塩の量>100ppm
すすぎオ2回	" 80ppm
すすぎオ3回	" 30ppm
すすぎオ4回	" 10ppm

本発明に記載されている系に関して酸化状態を示すことをできる合成またはケラチン繊維にもこの試験を適用できる。例3にはこの試験の羊毛への使用を具体的に示す。

例 3

例1の記載のように羊毛を脱色処理するとオ1回目に流水によつて1分間すすぐ後得られた酸化剤の割合は50ppmのオーダーである。オ2回目の流水による1分間のすすぎ後は10ppmより少なくなつてゐる。

例1～3の試験が示すように、本発明の酸化指示薬は数ppmほどの酸化剤の量でも検出することができる。一般に比較的敏感でなく選択的すぎる公知の型のヨウ化物/ヨウ素・還元/酸化系と対比して本発明の還元/酸化系は化粧品中によく使われる酸化剤特に前記のように過酸化水素および臭素酸塩に関して高感度を持つてゐる。実際、これらの酸化剤の場合10ppmは容易に検出される。

前記の紙の小片を硬いプラスチック支持体例えばタブにはることができる。この台紙が適用を容易にし特に適用をしている人の指が含浸紙小片に直接接触するのを防ぐことができる。

この小片を個々の小袋に包装し光から保護する。こうすると酸化指示薬はその効果を失なわずに長

期間保存することができる。使用の準備のできた紙の小片は発色剤のびんと併に熟練者つまり美容師に届けられる。そこで本発明の試験は、前記紙小片を濡らした毛髪に約10秒間接触させこの小片上に発色剤を1滴おとして酸化剤の跡が髪に残つているかどうかを見るだけでよいので、だれにでも、たとえ実験技術に熟練していない者にでもたいへん簡単にそして迅速に行えるということがわかる。

場合によっては1N塩酸による発色をしないで本発明の試験を行うことができる（これはある種の過酸化物および過酸塩の場合である）ことに注意すべきである。一方臭素酸塩の場合には酸による発色が必要である。

もちろん前記の具体例は何らの制限も意味するものではなく、本発明の範囲を越えない好ましいどんな応用も行うことができるものである。